

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 81420142.2

(51) Int. Cl.³: **B 01 D 11/00**

(22) Date de dépôt: 01.10.81

(30) Priorité: 02.10.80 FR 8021377

(43) Date de publication de la demande:
14.04.82 Bulletin 82/15

(84) Etats contractants désignés:
CH DE GB IT LI NL

(71) Demandeur: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE
Etablissement de Caractère Scientifique Technique et Industriel
31/33, rue de la Fédération
F-75015 Paris(FR)

(72) Inventeur: Faugeras, Pierre
Villa 10 Monplaisir
F-30130 Pont Saint Esprit(FR)

(72) Inventeur: Henry, Edouard
Villa 5 Monplaisir
F-30130 Pont Saint Esprit(FR)

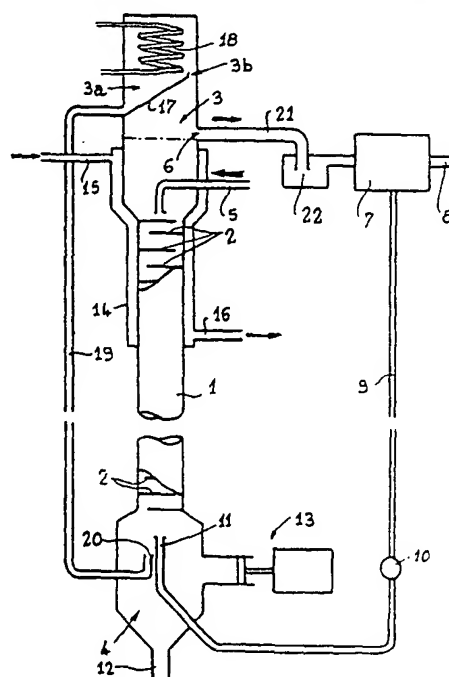
(72) Inventeur: Malaterre, Roger
Mas de Tardieu
F-07700 Saint Marcee d'Ardeche(FR)

(72) Inventeur: Fremeaux, Pierre
8 Rue de Verdun Jonage
F-69330 Meyzieu(FR)

(74) Mandataire: Monnier, Guy et al,
Cabinet Monnier 142-150 Cours Lafayette
F-69003 Lyon(FR)

(54) Procédé et colonne d'extraction par solvant.

(57) Pour améliorer le fonctionnement d'une colonne d'extraction à solvant léger et volatil, on applique un gradient de température à sa partie supérieure par la chemise (14) et les tubulures (15, 16) de circulation d'un fluide chaud. Les vapeurs de solvant se condensent sur le serpentín (18) et sont recyclées par la cloison (17) et la canalisation (19). Le solvant encore liquide et très chargé en produit extrait est recueilli par (21), distillé en (7) et recyclé par (9) et (10). Le travail de (7) est ainsi réduit et la viscosité dans le haut de la colonne est diminuée. Le condensateur (18, 17) peut être extérieur à la colonne; le produit traité peut être un solide divisé.



EP 0 049 676 A1

Procédé pour améliorer le fonctionnement des colonnes d'extraction par solvant et colonne établie pour sa mise en oeuvre.

La présente invention se réfère aux colonnes qu'on utilise
5 pour assurer la mise en contact d'un solvant avec un liquide
ou un solide divisé en vue d'extraire de celui-ci certaines
substances solubles dans le solvant. En général le point
d'ébullition du solvant est bien inférieur à celui de la
substance ou soluté qu'on désire extraire. Par ailleurs ce
10 solvant est le plus souvent plus léger que le solide ou
liquide à traiter. En ce qui concerne la colonne elle-même,
elle comporte un garnissage intérieur approprié, tel par
exemple qu'une superposition de plateaux perforés et/ou
tronqués, horizontaux ou inclinés, avec ou sans rebord. On
15 lui applique de plus en plus une pulsation en vue d'améliorer
le contact et d'assurer le cheminement par fluidisation dans
le cas des solides divisés.

Le solvant enrichi en soluté est retiré de l'une des extrémités
20 de la colonne (extrémité supérieure dans le cas le plus
fréquent d'un solvant léger et d'un produit à traiter lourd).
On le distille de façon à recueillir séparément le soluté
recherché et le solvant pur qu'on recycle à l'extrémité
opposée de la colonne considérée. Le réglage du débit de
25 recyclage du solvant permet d'agir sur le temps de séjour du
produit à traiter dans la colonne, mais bien entendu ce
recyclage est lui-même limité par la capacité de l'appareil
de distillation. Par ailleurs ce problème de recyclage doit
tenir compte de ce qu'avec certains solutés le solvant
30 devient assez vite relativement visqueux à mesure qu'il
renferme une plus grande proportion de ceux-ci.

Conformément à l'invention, pour améliorer le fonctionnement
d'une colonne du genre en question travaillant avec un
35 solvant relativement léger et volatil, on lui fait comporter
un gradient de température ascendant entre son pied et son
sommet dans une mesure telle que vers ce dernier il y ait
ébullition ou à tout le moins évaporation notable du solvant,
on recueille les vapeurs ainsi produites, on les condense et

l'on recycle dans le bas de la colonne le condensat ainsi obtenu.

Il est préférable de ne chauffer que le haut de la colonne, par exemple sur son tiers supérieur. Le chauffage peut s'effectuer par le moyen d'une chemise entourant la colonne, solution qui présente l'avantage d'être aisément applicable aux installations existantes. Mais il est également possible de prévoir un chauffage par l'intérieur, par exemple au moyen d'un ou plusieurs tubes disposés dans l'axe de la colonne considérée.

La condensation des vapeurs de solvant peut s'effectuer dans la chambre généralement prévue au sommet de la colonne, au-dessus de la sortie du solvant enrichi. On dispose alors une cloison pour que le condensat ainsi obtenu ne retombe pas dans la colonne, mais puisse être évacué latéralement. Toutefois il est préférable de monter un condenseur séparé, disposé par exemple sur le côté. On prévoit bien entendu un refroidissement, ainsi qu'un dispositif tel qu'un clapet hydraulique en vue d'éviter que de la vapeur ne s'échappe avec le solvant enrichi.

Le dessin annexé, donné à titre d'exemple, permettra de mieux comprendre l'invention :

Fig. 1 est une vue en coupe verticale schématisée d'une colonne d'extraction comportant application de l'invention.

Fig. 2 indique de façon partielle une autre forme d'exécution.

La colonne 1 représentée en fig. 1 renferme un garnissage intérieur fait de plateaux tronqués superposés 2. Elle comporte à son sommet une première chambre 3 et à son extrémité inférieure ou pied une seconde chambre 4. Le produit à traiter, qui dans le cas représenté est constitué par un liquide relativement lourd, arrive dans le bas de la chambre 3 par une canalisation d'entrée 5. Au-dessus du débouché de

celle-ci il est prévu une sortie latérale 6 destinée au solvant enrichi, lequel parvient ainsi à un appareil de distillation 7. Dans ce dernier le soluté est séparé du solvant et est évacué par une canalisation 8, tandis que le
5 solvant pur, convenablement condensé, est recyclé par une canalisation 9 dans la chambre inférieure 4. Ce recyclage est assuré par une pompe 10 et la canalisation 8 est raccordée à une tuyère axiale 11 orientée en direction du haut de façon à éviter au maximum de gêner la séparation et la
10 descente du liquide lourd épuisé qui s'évacue par la tubulure de sortie 12 prévue au bas de la chambre 4 et équipée bien entendu de moyens évitant la vidange totale de la colonne (vanne convenablement commandée, pompe volumétrique, sas, etc...).

15 La chambre inférieure 4 renferme encore un pulsateur 13 de n'importe quel type approprié.

En vue de la mise en oeuvre du procédé suivant l'invention,
20 à la colonne telle que décrite jusqu'ici, et qui est en soi de type classique, on a fait comporter les dispositions supplémentaires suivantes :

Tout d'abord autour de sa partie supérieure (sur environ le
25 tiers de sa hauteur en direction du bas à partir de la première chambre 3) on a fait comporter une chemise chauffante 14 avec entrée 15 et sortie 16, dans laquelle on fait circuler un fluide caloporteur approprié (eau chaude, vapeur sous basse pression, etc...), de manière que le mélange liquide
30 qui se trouve dans le bas de la chambre 3 soit amené à une température égale ou à tout le moins très voisine du point d'ébullition du solvant. Comme montré, cette chemise s'élève préférentiellement au moins jusqu'au niveau de la sortie 6. Bien entendu la paroi extérieure de la chemise 14 peut être
35 calorifugée pour limiter les pertes de chaleur.

En second lieu l'on a disposé dans le haut de la chambre supérieure 43 une cloison inclinée 17 qui y délimite un espace supérieur 3a dans lequel on a monté un serpentin

refroidisseur 18. Comme montré, le bord supérieur de la cloison 17 ménage un passage de liaison 3b de section notable.

5 Du point de jonction entre le bas de la cloison 17 et la paroi de la chambre 3 l'on a fait partir une canalisation 19 qui descend dans la chambre inférieure 4 et y débouche par une extrémité 20 orientée en direction du haut au voisinage immédiat de la tuyère 11.

10 Enfin sur la canalisation 21 qui relie la sortie 6 à l'appareil à distiller 7 on a interposé un clapet hydraulique ou siphon 22.

Dans ces conditions le solvant qui se trouve dans le haut de la colonne et dans le bas de la chambre 3 au-dessus de la sortie 6, se vaporise par ébullition ou évaporation, ses vapeurs traversent le passage 3b et se condensent au contact du serpentín 18, parcouru par exemple par un courant d'eau froide. Le solvant pur ainsi condensé s'écoule sur la cloison 17 (à part la quantité négligeable qui retombe par le passage 3b), descend par la canalisation 19 et sort en 20 pour se mélanger au solvant recyclé à partir de l'appareil de distillation 7. Il y a donc double recyclage.

25 La colonne ainsi équipée conformément à l'invention comporte les avantages suivants :

1° Pour une même capacité de l'appareil à distiller 7 on peut accroître le débit de solvant pur recyclé, ce qui est avantageux en ce qui concerne le temps de séjour du liquide à traiter à l'intérieur de la colonne.

2° Pour un même débit de recyclage, le solvant envoyé à l'appareil de distillation 7 est plus concentré en soluté, de sorte que le travail exigé de cet appareil se trouve réduit.

3° Dans le cas où le soluté tend à rendre le solvant visqueux, le chauffage du haut de la colonne, c'est-à-dire de la partie de celle-ci où le solvant est le plus

chargé en soluté, abaisse cette viscosité et en diminue les inconvénients en ce qui concerne le fonctionnement hydraulique de la colonne.

- 5 La forme d'exécution de fig. 2 se distingue de celle de fig. 1 sur quatre points particuliers :

Le premier réside dans le fait que la colonne 1 est prévue pour le traitement de solides divisés. On lui fait comporter
10 à cet effet une canalisation d'amenée 23 substantiellement axiale plongeant dans le solvant enrichi renfermé par la chambre 3. Bien entendu l'on pourrait également prévoir une canalisation d'entrée latérale telle que celle 5 de fig. 1, mais à condition de lui donner un diamètre suffisant et une
15 pente assez forte. On notera par ailleurs que, s'agissant de solides, la tubulure de sortie inférieure 12 est réalisée sous la forme d'un sas.

D'autre part la condensation des vapeurs de solvant ne
20 s'effectue plus dans le haut de la chambre 3, mais bien dans un condensateur latéral 24 relié à celle-ci par une canalisation 25 à forte section. Cette disposition présente l'avantage de libérer complètement la chambre 3 qui peut être prévue moins haute.

25 En troisième lieu l'organe chauffant n'est plus une chemise entourante, mais bien un tube axial 26 qui traverse les plateaux 2 de la partie intéressée de la colonne 1, ce tube étant équipé d'une entrée 27 et d'une sortie 28. Il va
30 d'ailleurs sans dire qu'au lieu d'un tube unique on pourrait prévoir un véritable faisceau tubulaire. La chaleur est ainsi concentrée à l'intérieur de la colonne et moyennant un revêtement calorifuge tel que 29, les pertes thermiques sont réduites. Le revêtement 29 s'étend alors avantageusement sur
35 la totalité de la chambre 3.

Enfin l'on a fait arriver la canalisation 19 dans un manchon 30 entourant la tuyère 11 et s'ouvrant au niveau du débouché de celle-ci. Avec une telle disposition le jet de solvant

recyclé qui apparaît sous l'effet de la pompe 10 détermine un effet d'éjecteur qui aspire le liquide de la canalisation 19 dont le recyclage se trouve ainsi facilité.

- 5 On conçoit que les quatre points décrits ci-dessus sont indépendants les uns des autres et que les variantes qu'ils représentent par rapport à la forme d'exécution de fig. 1 pourraient se mettre en oeuvre séparément.
- 10 Il doit d'ailleurs être entendu que la description qui précède n'a été donnée qu'à titre d'exemple et qu'elle ne limite nullement le domaine de l'invention dont on ne sortirait pas en remplaçant les détails d'exécution décrits par tous autres équivalents. On comprend par ailleurs que la colonne
- 15 peut être équipée de tous appareils accessoires non décrits. On doit notamment prévoir une amenée de solvant frais pour compenser les pertes inévitables. Il peut d'autre part être nécessaire de relier le haut de la colonne à un appareil d'aspiration ou à un évent refroidi pour en éliminer les
- 20 poches d'air qui gêneraient l'écoulement des vapeurs de solvant.

Revendications de brevet

1. Procédé pour l'extraction d'un soluté à partir d'un produit liquide ou solide divisé, par le moyen d'un solvant plus léger que le produit et comportant un point d'ébullition inférieur à celui du soluté, à l'intérieur d'une colonne pulsée ou non, renfermant un garnissage à plateaux ou autres, et dont la partie haute au moins est chauffée de façon à réaliser un gradient de température ascendant entre son pied et son sommet, le solvant chargé de soluté étant ensuite séparé par distillation et recyclé dans le bas de la colonne, caractérisé en ce que :

- l'on règle le chauffage à une valeur telle qu'il apparaisse vers ce sommet (3) une vaporisation partielle du solvant, l'on recueille (en 3a, 25) les vapeurs ainsi produites et on les condense, en opérant ainsi pour cette fraction du solvant ;

- et l'on recycle dans le bas (4) de la colonne (1) le condensat ainsi obtenu en même temps que le solvant pur séparé du soluté par distillation (en 7) extérieurement à la colonne (1) à la façon habituelle.

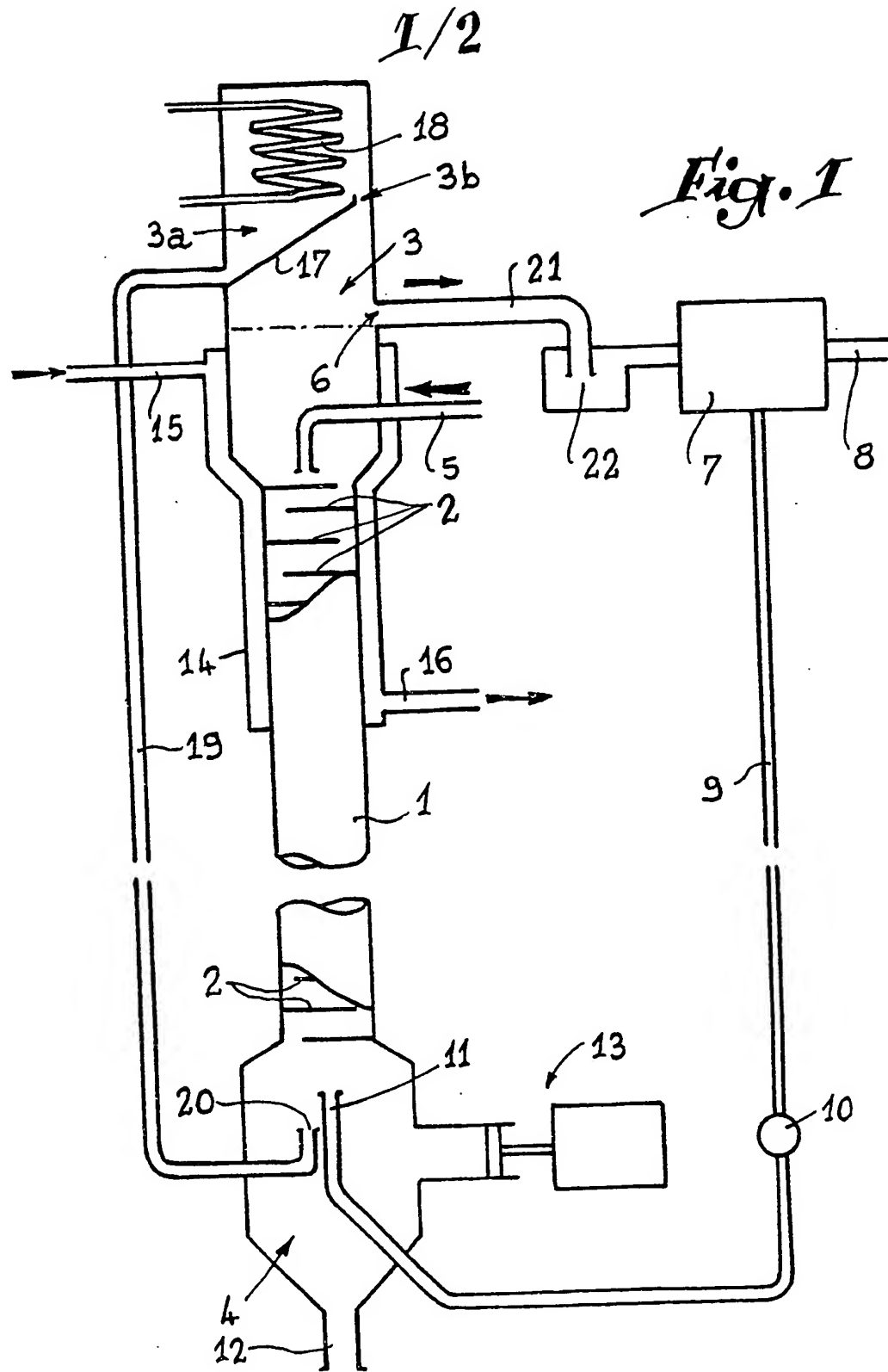
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on opère la condensation des vapeurs de solvant dans la partie supérieure (3a) du haut (3) de la colonne (1) en prévoyant des moyens appropriés (cloison 17) pour que le condensat ne retombe pas dans la colonne et puisse être évacué et recyclé dans le bas (4) de celle-ci.

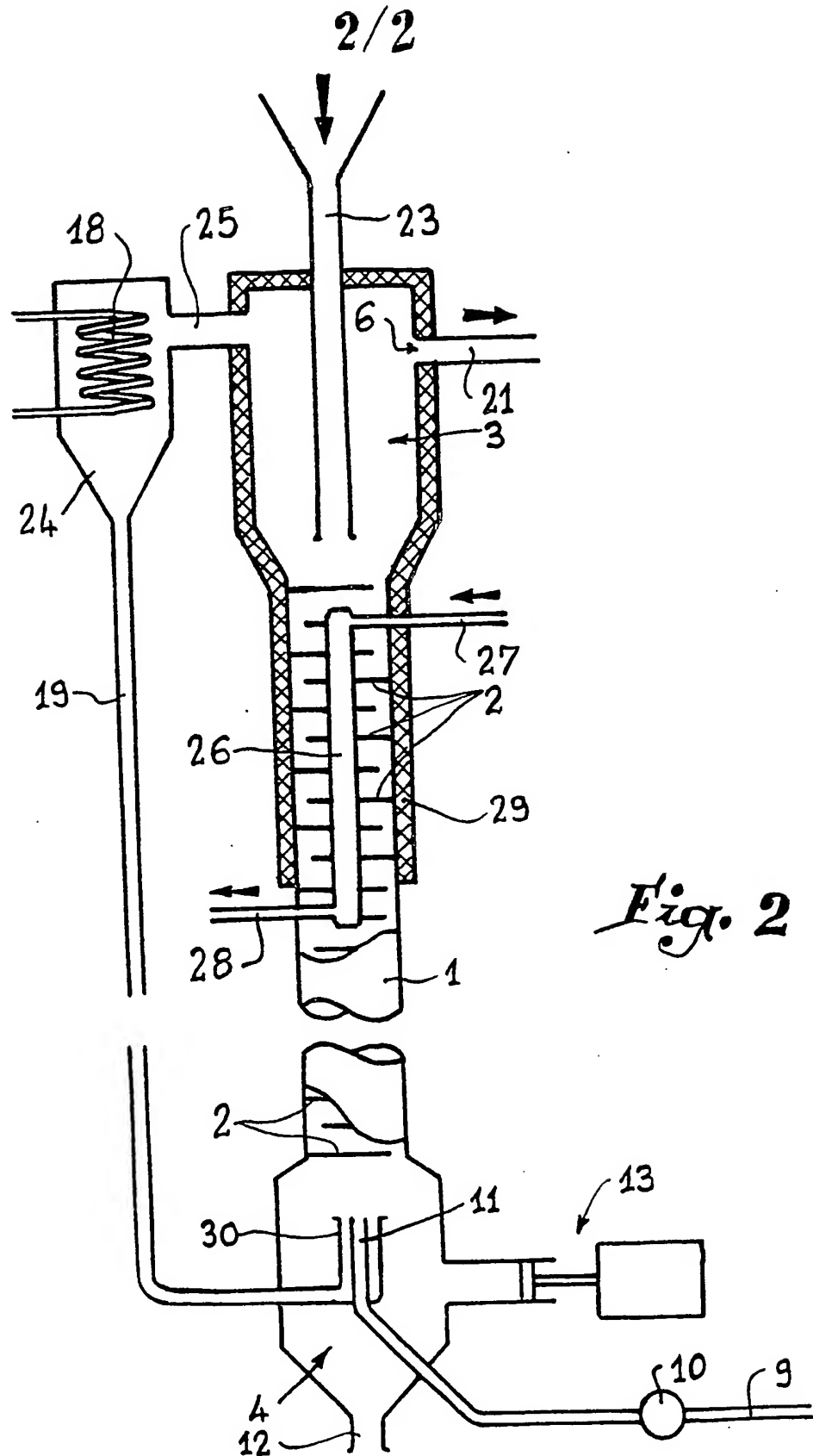
3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on adjoint à la colonne (1) un condenseur auxiliaire indépendant (24) relié à la partie haute de la chambre supérieure (3) de ladite colonne.

4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on interpose un clapet hydraulique (22) sur la canalisation (21) qui relie le haut de la colonne (1) à l'appareil (7) de distillation du solvant enrichi.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications qui précèdent, caractérisé en ce qu'on règle le chauffage de la colonne (1) de façon à agir sur le taux de recyclage du solvant pur dans le bas de la colonne et/ou sur la viscosité du solvant enrichi dans le haut de celle-ci.
6. Colonne d'extraction pulsée ou non, renfermant un garnissage à plateaux ou autre, caractérisée en ce qu'elle est agencée pour la mise en oeuvre du procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes.
7. Colonne suivant la revendication 6, caractérisée en ce que le chauffage de sa partie supérieure est réalisé par le moyen d'une chemise extérieure (14) de type en soi connu.
8. Colonne suivant la revendication 6, dans laquelle la partie haute est chauffée par le moyen d'un échangeur tubulaire parcouru par un fluide chauffant approprié, caractérisée en ce que cet échangeur est réalisé sous la forme d'un tube axial (26).
9. Colonne suivant la revendication 6, caractérisée en ce que sa chambre supérieure (3) comporte une cloison inclinée (17) qui délimite un espace supérieur (3a) tout en ménageant vers son point haut un passage (3b) permettant l'écoulement ascendant des vapeurs de solvant, cet espace supérieur étant équipé de moyens de refroidissement (18) de type connu de façon à jouer le rôle de condenseur, tandis qu'il est prévu une sortie vers le point bas de la cloison (17) pour l'évacuation du condensat.
10. Colonne suivant la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comporte un clapet hydraulique (22) interposé sur sa sortie de solvant enrichi.
11. Colonne suivant la revendication 6, du genre comportant dans sa chambre inférieure une tuyère de recyclage orientée vers le haut et qui reçoit d'une pompe le solvant pur provenant de l'appareil à distiller le solvant enrichi, caractérisée

en ce qu'autour de cette tuyère est disposé un manchon (30)
qui s'ouvre au niveau du débouché de celle-ci, ce manchon
étant relié à la canalisation de recyclage (9) du condensat
qui résulte de la condensation des vapeurs de solvant de la
5 chambre supérieure (3) de la colonne (1).







Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0049676

Numero de la demande

EP 81 42 0142

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS | | | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 1) |
|---|---|-----------------------------------|---|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | Revendication concernée | |
| A | US - A - 4 088 540 (B.J. BUNAS) | 1,6,8 | B 01 D 11/00 |
| A | AU - A - 60035/65 (ESSO RESEARCH) | 1,5,6,8 | |
| A | DE - A - 2 340 566 (P. SIEGFRIED) | 1,6 | |
| A | DE - B - 1 024 489 (J. STAUFF) | 1,2,3,6 | |
| A | DE - A - 2 653 214 (STORK AMSTERDAM) | 5 | |
| ---- | | | |
| | | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 1) |
| | | | B 01 D 3/40 11/00 11/04 |
| | | | CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES |
| | | | X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons |
| | | | &: membre de la même famille, document correspondant |
| Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications | | | |
| Lieu de la recherche | | Date d'achèvement de la recherche | Examineur |
| La Haye | | 26-11-1981 | HOFFER |